

Real Sociedad Española de Química
Real Sociedad Española de Física

XIX REUNION BIENAL

santander 82

del 26 de Septiembre al 2 de Octubre



COMUNICACIONES

NUEVAS APORTACIONES EN EL ESTUDIO DEL HIDROXISULFATO DE Fe(III) 1/1.
C. Parada Cortina, S. López Andrés, A. Santos Macías, F. Cebollada
Baratas y O. García Martínez.

Departamento de Química Inorgánica "Elhuyar", C.S.I.C. Madrid.

INTRODUCCION

La bibliografía que se encuentra en el campo de las sales básicas, es la correspondiente a la de los metales bivalentes, como norma general; siendo la de metales trivalentes escasa y poco concluyente. Recientemente, hemos empezado a trabajar en este nuevo campo, centrándonos en los hidroxinitratos, hidroxicloruros e hidroxisulfatos de Fe(III), siendo el objeto de este trabajo el hidroxisulfato 1/1 de Fe(III). La literatura encontrada sobre los hidroxisulfatos aporta pocos y confusos datos, siendo en varios casos relativa a compuestos naturales (1)(2)(3)(4)(5)(6)(7)(8). Hemos realizado la síntesis, y el estudio de la estabilidad, así como el de algunas propiedades físico-químicas del hidroxisulfato de Fe(III), mediante Rayos-X, Microscopía Electrónica, Análisis Termogravimétrico y Termogravimétrico, Espectroscopía Infrarroja y susceptibilidad magnética.

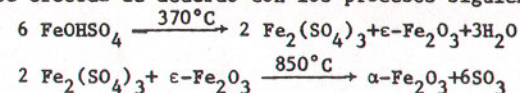
PARTE EXPERIMENTAL

La síntesis del compuesto que nos ocupa se ha realizado por hidrólisis espontánea de soluciones de sulfato de Fe(III) de distintas concentraciones, desde 0,002N a 4N en tubo cerrado a 120°C durante 15 días. Transcurrido el tiempo de envejecimiento, se separó la disolución de la fase sólida por centrifugación, lavando el sólido con agua destilada, alcohol etílico de 96°, acetona y eter, secando los productos al aire sobre plato poroso. Los compuestos así obtenidos fueron identificados por difracción de Rayos-X, Microscopía Electrónica, mostrándose en la tabla I los resultados encontrados. El análisis químico nos proporciona los siguientes resultados: %Fe³⁺=56,90, %SO₄=32,25, %OH=10,85

TABLA I

Concentración inicial de Fe ₂ (SO ₄) ₃	Fases cristalinas
0.002-0.008N	α-Fe ₂ O ₃
0.01-0.04N	α-Fe ₂ O ₃ y α-FeOOH
0.08-0.1N	α-Fe ₂ O ₃ y H ₃ OFe ₃ (SO ₄) ₂ (OH) ₆
0.2-1.1N	H ₃ OFe ₃ (SO ₄) ₂ (OH) ₆
1.2-1.8N	H ₃ OFe ₃ (SO ₄) ₂ (OH) ₆ y FeOHSO ₄
2-4N	FeOHSO ₄

Estudiada la descomposición térmica del hidroxisulfato 1/1, hemos concluido que se efectúa de acuerdo con los procesos siguientes:



Las pérdidas de peso se corresponden con los procesos indicados.

Se ha tomado el espectro IR en la región de 4000-200 cm⁻¹ en pastilla de KBr y en emulsión de Nujol, con ventanas de CsI.

El espectro muestra la banda de tensión ν(OH) y bandas correspondientes a los modos normales de los grupos sulfato en coordinación bidentada puente entre iones Fe^{III}.

En la región de baja frecuencia se observan también bandas correspondientes a ν(Fe-O), tanto con grupos OH, como con los sulfatos.

Se ha medido la susceptibilidad magnética de este compuesto en el intervalo de 29-115°C. La representación gráfica de 1/χ_M frente a la temperatura absoluta da una recta que corta al eje de temperaturas en la parte negativa. La constante de Weiss, así determinada tiene un valor muy alto (θ=650K), lo que indica un fuerte acoplamiento antiferromagnético. El cálculo del momento magnético mediante la ecuación μ_{eff}=2,84√χ_M(T-θ), da un valor de 6,0μ_B, que se aproxima al valor teórico de μ_S correspondiente al Fe(III) (5,92μ_B).

DISCUSION

En nuestras condiciones operativas se ha conseguido aislar como fase cristalina única el hidroxisulfato de Fe(III) 1/1, poniendo de manifiesto a través de análisis termogravimétrico que esta sustancia es estable hasta una temperatura del orden de 250°C. Así mismo, hemos podido comprobar la ausencia en su descomposición térmica de oxisulfatos como algunos autores indican e incluso a través de Rayos-X se ha visto claramente la formación de los distintos óxidos de Hierro que en el transcurso de la descomposición de la sal básica se han formado.

BIBLIOGRAFIA

1. E.Posnjak and H.E.Merwin. *Jour.Amer.Chem.Soc.* 44, 1965 (1922).
2. L.Walter-Levy et E.Quemeneur, *C.R.*, 3410 (1963).
3. F.Cesbron, *Bull.Soc.Franc.Miner.Crist.* 87, 125 (1964).
4. L.Walter-Levy et E.Quemeneur, *Bull.Soc.Chim.* 6, 1947 (1966).
5. G.Johansson. *Acta Chem.Scand.* 16, 1234 (1962).
6. L.Walter-Levy et E.Quemeneur, *Bull.Soc.Chim.* 77, 495 (1967).
7. D.E.Zuyasintser, S.I.Ginzburg and S.B.Iyakhmanov, *Russ.J.Inorg.Chem.* 14, 772 (1969).
8. G.R.Rossman, *Am.Mineral.* 60, 698, (1975).